

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-089749

(43)Date of publication of application : 03.04.2001

(51)Int.Cl.

C09K 3/14
G11B 5/84
H01L 21/304

(21)Application number : 11-266511

(71)Applicant : FUJIMI INC

(22)Date of filing : 21.09.1999

(72)Inventor : ISHIBASHI TOMOAKI
YOKOMICHI NORITAKA
SUGIYAMA HIROYASU**(54) COMPOSITION FOR POLISHING****(57)Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a composition for polishing capable of causing a small amount of surface residues and preventing micropits, microprotrusions and other surface defects from occurring and obtaining an excellent processed surface.

SOLUTION: This composition for polishing comprises water, at least one kind of phosphoric ester compound selected from the group consisting of polyoxyethylene alkyl ether phosphates and polyoxyethylene aryl ether phosphates, at least one kind of polishing promoter selected from the group consisting of inorganic acids, organic acids and salts thereof other than the phosphoric ester compound and at least one kind of abrasive material selected from the group consisting of aluminum oxide, silicon dioxide, cerium oxide, zirconium oxide, titanium oxide, silicon nitride and manganese dioxide.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2001-89749
(P2001-89749A)

(43) 公開日 平成13年4月3日 (2001.4.3)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード* (参考)
C 0 9 K 3/14	5 5 0	C 0 9 K 3/14	5 5 0 Z 5 D 1 1 2
G 1 1 B 5/84		G 1 1 B 5/84	5 5 0 D
H 0 1 L 21/304	3 2 1	H 0 1 L 21/304	A
			3 2 1

審査請求 未請求 請求項の数7 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平11-266511

(22) 出願日 平成11年9月21日 (1999.9.21)

(71) 出願人 000236702
株式会社フジインコーポレーテッド
愛知県西春日井郡西枇杷島町地領2丁目1
番地の1
(72) 発明者 石橋 智明
愛知県西春日井郡西枇杷島町地領2丁目1
番地の1 株式会社フジインコーポレー
テッド内
(74) 代理人 100061273
弁理士 佐々木 宗治 (外3名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 研磨用組成物

(57) 【要約】

【課題】 表面残留物の発生が少なく、微細なピット、微小突起及びその他の表面欠陥の発生を防止でき、優れた加工表面を得られる研磨用組成物を提供する。

【解決手段】 水と、ポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸及びポリオキシエチレンアリールエーテルリン酸からなる群より選択される少なくとも1種類のリン酸エステル化合物と、リン酸エステル化合物以外の無機酸、有機酸及びそれらの塩類からなる群より選択される少なくとも1種類の研磨促進剤と、酸化アルミニウム、二酸化ケイ素、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン、窒化ケイ素及び二酸化マンガからなる群より選択される少なくとも1種類の研磨材とを含むものである。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 メモリーハードディスクに使用される磁気ディスク用基盤の研磨用組成物であって、(a) 水と、(b) ポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸およびポリオキシエチレンアリールエーテルリン酸からなる群より選択される少なくとも1種類のリン酸エステル化合物と、(c) 前記(b)のリン酸エステル化合物以外の無機酸、有機酸およびそれらの塩類からなる群より選択される少なくとも1種類の研磨促進剤と、(d) 酸化アルミニウム、二酸化ケイ素、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン、窒化ケイ素および二酸化マンガンからなる群より選択される少なくとも1種類の研磨材とを含んでなる研磨用組成物。

【請求項2】 前記(b)のリン酸エステル化合物は、アリール基がフェニル基、ノニルフェニル基またはジノニルフェニル基であるものおよびこれらの混合物であり、アルキル基が炭素原子数1~20であることを特徴とする請求項1記載の研磨用組成物。

【請求項3】 前記(c)の研磨促進剤が、硝酸、亜硝酸、硫酸、塩酸、モリブデン酸、スルファミン酸、グリシン、グリセリン酸、マンデル酸、マロン酸、アスコルビン酸、グルタミン酸、グリオキシル酸、リンゴ酸、グリコール酸、乳酸、グルコン酸、コハク酸、酒石酸およびクエン酸、並びにそれらの塩または誘導体からなる群より選択される少なくとも1種類であることを特徴とする請求項1または2記載の研磨用組成物。

【請求項4】 前記(c)の研磨促進剤が、硝酸アルミニウム、硝酸ニッケル、硝酸リチウム、硝酸ナトリウム、硝酸カリウム、硝酸鉄(III)、亜硝酸ナトリウム、亜硝酸カリウム、硫酸アルミニウム、硫酸ニッケル、硫酸リチウム、硫酸ナトリウム、硫酸鉄(III)、硫酸アンモニウム、塩化アルミニウム、塩化鉄(III)、塩化アンモニウム、モリブデン酸ナトリウム、モリブデン酸アンモニウム、スルファミン酸ニッケルおよびスルファミン酸アンモニウムからなる群より選択される少なくとも1種類であることを特徴とする請求項3記載の研磨用組成物。

【請求項5】 前記(b)のリン酸エステル化合物の含有量が、組成物の全重量を基準にして0.001~2重量%の範囲内であることを特徴とする請求項1乃至4のいずれか記載の研磨用組成物。

【請求項6】 前記(c)の研磨促進剤の含有量が、組成物の全重量を基準にして0.01~30重量%の範囲内であることを特徴とする請求項1乃至5のいずれか記載の研磨用組成物。

【請求項7】 前記(d)の研磨材の含有量が、組成物の全重量を基準にして0.01~50重量%の範囲内であることを特徴とする請求項1乃至6のいずれか記載の研磨用組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、メモリーハードディスク、すなわちコンピューターなどに用いられる記憶装置に使用される磁気ディスク用基盤(以下、「サブストレート」という)の製造において、その表面の仕上げ研磨に好適な研磨用組成物に関するものである。さらに詳しくは、Ni-Pディスク、Ni-Feディスク、アルミニウムディスク、ボロンカーバイドディスクおよびカーボンディスク等に代表される各種のサブストレートの製造工程の仕上げ研磨において、表面残留物が少なく、微細なビット、微小突起およびその他の表面欠陥の発生を防止することが可能であり、同時にそのサブストレートを高容量かつ高記録密度のメモリーハードディスクに使用できる優れた研磨表面が得られる研磨用組成物に関するものである。

【0002】

【従来の技術】コンピューターなどの記憶装置のひとつであるメモリーハードディスクは、年々小型化、高容量化の一途をたどっており、そのメモリーハードディスクに使用されて、現在、最も広く普及しているサブストレートは、ブランク材に無電解Ni-Pメッキを成膜したものである。なお、ブランク材とは、サブストレートの基材であるアルミニウムおよびその他の基盤を、平行度や平坦度を持たせる目的でダイヤターンによる旋盤加工、SiC研磨材を固めて作られたPVA砥石を用いたラップ加工およびその他の方法により整形したものである。

【0003】しかしながら、上記のような各種の整形方法では、ブランク材の比較的大きなうねりは完全に除去することができず、このブランク材に成膜される無電解Ni-Pメッキもうねりに沿って成膜されてしまうため、サブストレートにもうねりが残ってしまうことがある。したがって、このサブストレートのうねりを除去し、表面を平滑化する目的のために、表面研磨が行われている。

【0004】また、メモリーハードディスクの高容量化に伴い、面記録密度は年に数十%の割合で向上している。このため、記録される一定量の情報が占めるメモリーハードディスク上のスペースはますます狭くなり、記録に必要な磁力は弱くなってきている。よって、最近では、磁気ヘッドとメモリーハードディスクの隙間であるヘッド浮上高を小さくする必要に迫られており、現在では、そのヘッド浮上高は1.0マイクロインチ(約0.025 μ m)以下にまで及んでいる。

【0005】そして、情報の読み書きを行う磁気ヘッドがメモリーハードディスクに吸着することと、サブストレートの表面に研磨によるメモリーハードディスクの回転方向とは異なる一定方向の筋目がつくこととにより、メモリーハードディスク上の磁界が不均一になることを防止する目的で、研磨後のサブストレートに同心円状の

筋目をつける、いわゆるテクスチャー加工が行われることがある。最近では、ヘッド浮上高をさらに低くする目的で、サブストレート上に施す筋目をより薄くしたライトテクスチャー加工が行われたり、さらにはテクスチャー加工を行わずに筋目をつけないノンテクスチャーのサブストレートも用いられるようになってきている。このような、磁気ヘッドの低浮上化をサポートする技術も開発され、ヘッドの低浮上化がますます進んできている。

【0006】磁気ヘッドは、非常に高速で回転しているメモリーハードディスクの表面の形状に沿って浮上しているが、メモリーハードディスクの表面に数 μm 程度のビットが存在した場合、情報が完全に書き込まれず、いわゆる「ビット落ち」と呼ばれる情報の欠落や情報の読み取り不良が発生し、エラー発生の原因となることがある。なお、ここでいうビットとは、サブストレートにもともと存在するへこみであったり、研磨によりサブストレート表面に発生したへこみのことであり、また微細なビットとは、そのうち直径がおおよそ $10\mu\text{m}$ 未満のへこみのことである。

【0007】したがって、メモリーハードディスクを形成する前工程の研磨加工において、サブストレートの表面粗さを小さくすることが重要であり、同時に比較的大きなうねり、微小突起やビットおよびその他の表面欠陥を完全に除去することが必要である。

【0008】このような目的のために、従来は、酸化アルミニウムまたはその他の各種研磨材と、水と、各種の研磨促進剤を含む研磨用組成物（その性状から「スラリー」ともいう）を用いて、1回の研磨で仕上げられていた。例えば、特公昭64-436号公報および特公平2-23589号公報には、水と水酸化アルミニウムに、研磨促進剤として硝酸アルミニウム、硝酸ニッケルまたは硫酸ニッケルなどを添加し混合してスラリーとしたメモリーハードディスクの研磨用組成物が開示されている。また、特公平4-38788号公報には、水と、アルミナ研磨材微粉と、研磨促進剤としてグルコン酸または乳酸と、表面改質剤としてコロイダルアルミナとからなる酸性のアルミニウム磁気ディスク用研磨用組成物が開示されている。

【0009】しかしながら、上記各研磨用組成物は、いずれも1段階の研磨ではサブストレートの比較的大きなうねりや表面欠陥を除去し、かつ一定時間内に表面粗さを非常に小さく仕上げ、さらに微小突起、微細なビットおよびその他の表面欠陥の発生を防止することのすべてを満足することは非常に困難であった。このため、2段階以上の研磨工程が検討されるようになってきた。なお、求められる表面粗さの程度は、サブストレートの製造工程、メモリーハードディスクとしての最終的な記録容量およびその他の条件によって決定されるが、求められる表面粗さの程度によっては、2段階を超える研磨工程が採用されることもある。

【0010】2段階で研磨工程を行う場合、1段階目の研磨工程は、サブストレートの比較的大きなうねり、大きなビットおよびその他の表面欠陥などを除去すること、すなわち整形が主たる目的となる。このため、表面粗さを小さくすることより、むしろ2段階目の仕上げ研磨工程で除去できないような深いスクラッチの発生が少なく、うねりや表面欠陥に対して加工修正能力の大きい研磨用組成物が要求される。このため、研磨速度を大きくする目的で、研磨用組成物中の研磨材としては比較的大きな粒子径のものが用いられる。

【0011】また、2段階目の研磨工程、すなわち仕上げ研磨工程は、サブストレートの表面粗さを非常に小さくすることを目的とする。このため、1段階目の研磨工程で要求されるような大きなうねりや表面欠陥に対して加工修正能力が大きいことよりも、表面粗さを小さくすることが可能であり、微小突起、微細なビットおよびその他の表面欠陥の発生を防止できることが要求される。

【0012】最近では、加工コスト低減のためPVA砥石を用いたブランク材加工の改良が行われており、研磨用組成物を使用する前のブランク材の表面粗さを低減することで研磨前のサブストレートの表面粗さやうねり等の品質を1段階目の研磨工程後の品質に近づけることが考えられている。そのような加工が行われた場合には、1段階目の研磨工程は不要であり、いわゆる仕上げ研磨工程のみを行うことも可能となる。

【0013】そこで、1段階目および2段階目の研磨工程にかかわらず、サブストレートの表面粗さを小さくする手段としては、研磨用組成物中の研磨材として比較的小きな粒子径のものを用いたり、界面活性剤を含む研磨用組成物を使用したりしている。例えば特開平5-32959号公報（従来例1）には、水、アルミナ研磨材およびフッ素系界面活性剤からなることを特徴とする研磨用組成物が、また、特開平5-59351号公報（従来例2）には、水、アルミナ研磨材、研磨促進剤としての水溶性金属塩およびフッ素系界面活性剤を含有することを特徴とする金属材料の研磨用組成物が、あるいは、特開平5-112775号公報（従来例3）には、水、アルミナ研磨材、フッ素系界面活性剤およびアミノ酸を含有することを特徴とする金属材料の研磨用組成物が開示されている。

【0014】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、本発明者らの知る限り、上記従来例1～3のように粒子径が比較的小さい、特に平均粒子径が $2\mu\text{m}$ 以下のアルミナ研磨材、水、水溶性金属塩、または、アミノ酸およびフッ素系界面活性剤を含む研磨用組成物を用いた場合は、研磨速度が著しく小さく、実際の生産には不十分であり、かつ研磨用組成物の研磨加工力が小さいために微細なビットおよびスクラッチなどの欠陥が発生しやすいという問題があった。また、ビットなどの欠陥が発生しない場

合でも、研磨材の粒子径が小さいために、洗浄によって取り除くことのできないサブストレートの表面への砥粒の吸着または突き刺さりと思われる残留物が発生する場合があります、十分な表面品質を得ることが難しかった。

【0015】本発明は、上記のような課題を解決するためになされたもので、メモリーハードディスクに使用されるサブストレートの仕上げ研磨において、従来の研磨用組成物に比べて表面残留物の発生が少なく、微細なビット、微小突起およびその他の表面欠陥の発生を防止できると同時に、優れた加工表面を得ることが可能な研磨用組成物を提供することを目的としたものである。

【0016】

【課題を解決するための手段】本発明に係る研磨用組成物は、メモリーハードディスクに使用される磁気ディスク用基盤の研磨用組成物であって、水と、ポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸およびポリオキシエチレンアリールエーテルリン酸からなる群より選択される少なくとも1種類のリン酸エステル化合物と、このリン酸エステル化合物以外の無機酸、有機酸およびそれらの塩類からなる群より選択される少なくとも1種類の研磨促進剤と、酸化アルミニウム、二酸化ケイ素、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン、窒化ケイ素および二酸化マンガンからなる群より選択される少なくとも1種類の研磨材とを含むことを特徴とするものである。

【0017】以下、本発明をさらに詳細に説明する。なお、以下の説明は本発明の理解を容易にするためのものであり、本発明を限定するものではない。

【0018】＜リン酸エステル化合物＞本発明に係る研磨用組成物の成分の1つであるポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸およびポリオキシエチレンアリールエーテルリン酸は、アルコールまたはフェノール誘導体とエチレンオキシドの反応から得られるアルコールのリン酸エステル化合物であり、モノエステル、ジエステルおよびトリエステルを任意の割合で含んでなる。また、これらのリン酸エステル化合物は、本発明の効果を損なわない範囲ならば任意の割合で複数併用することもできる。

【0019】また、ポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸のアルキル基は、炭素原子数Cが12～18であり、ポリオキシエチレンアリールエーテルリン酸のアリール基は、フェニル基またはフェニル基のベンゼン環の水素が任意の置換基で置換されたものであるが、フェニル基またはフェニル基のベンゼン環の水素は炭素原子数Cが1～10のアルキル基で置換されたものである。

【0020】このようなリン酸エステル化合物のエチレンオキシド付加モル数（以下、「EO」と記す）は、特に限定されないが、好ましくは3～15の範囲内である。EOを上記範囲内にすることで、研磨速度と表面欠陥の抑制とのバランスを調整することが可能である。

【0021】また、研磨用組成物中のリン酸エステル化

合物の含有量は、組成物の全重量を基準として0.001～2重量%であり、好ましくは0.005～1重量%、より好ましくは0.01～0.6重量%である。この含有量を増加させることで、研磨したサブストレートの表面残留物が減少、微細なビットおよびその他の表面欠陥の発生が低減される傾向があるが、過度に増加させると研磨速度や加工能力の低下が起り、却って微細なビットやスクラッチが発生することがある。逆に、含有量が過度に少ないと、サブストレートの表面残留物の減少、ビットおよびその他の表面欠陥の発生を抑制するという本発明の効果が発現しにくい。

【0022】＜研磨促進剤＞本発明に係る研磨用組成物の成分の1つである、上記リン酸エステル化合物以外の無機酸、有機酸およびそれらの塩類からなる群より選択される少なくとも1種類の研磨促進剤としては、硝酸、亜硝酸、硫酸、塩酸、モリブデン酸、スルファミン酸、グリシン、グリセリン酸、マンデル酸、マロン酸、アスコルビン酸、グルタミン酸、グリオキシル酸、リンゴ酸、グリコール酸、乳酸、グルコン酸、コハク酸、酒石酸およびクエン酸、並びにそれらの塩または誘導体からなる群より選択される少なくとも1種類である。具体的には、硝酸アルミニウム、硝酸ニッケル、硝酸リチウム、硝酸ナトリウム、硝酸カリウム、硝酸鉄（ⅠⅠⅠ）、亜硝酸ナトリウム、亜硝酸カリウム、硫酸アルミニウム、硫酸ニッケル、硫酸リチウム、硫酸ナトリウム、硫酸鉄（ⅠⅠⅠ）、硫酸アンモニウム、塩化アルミニウム、塩化鉄（ⅠⅠⅠ）、塩化アンモニウム、モリブデン酸ナトリウム、モリブデン酸アンモニウム、スルファミン酸ニッケル、スルファミン酸アンモニウムが挙げられる。なお、これらの研磨促進剤は、本発明の効果を損なわない範囲ならば任意の割合で複数併用することもできる。

【0023】また、研磨用組成物中の研磨促進剤の含有量は、用いる研磨促進剤の種類によって異なるが、組成物の全重量を基準として0.01～30重量%であり、好ましくは0.1～25重量%、より好ましくは0.5～20重量%である。研磨促進剤の含有量を増量することで、研磨速度が大きくなる傾向があるが、過度に多く含有すると研磨用組成物のケミカルな作用が強くなり、サブストレートの表面の微小突起、微細なビットおよびその他の表面欠陥が発生することがある。逆に過度に少なく含有すると、研磨速度が小さくなり、サブストレートの表面の微細なビット、微小突起およびその他の表面欠陥を抑制する効果が十分に発現しない。

【0024】＜研磨材＞本発明に係る研磨用組成物の成分の1つである研磨材の主研磨材としては、酸化アルミニウム、二酸化ケイ素、酸化セリウム、酸化チタン、窒化ケイ素、酸化ジルコニウムおよび二酸化マンガンである。なお、これらの研磨材は、任意に必要なに応じて組み合わせることで用いることができ、組み合わせる場合には、そ

の組み合わせ方や使用する割合は特に限定されない。

【0025】酸化アルミニウムは、 α -アルミナ、 δ -アルミナ、 θ -アルミナ、 κ -アルミナおよびその他の形態的に異なる物があり、また製造法からフュームドアルミナと呼ばれるものもある。

【0026】二酸化ケイ素は、コロイダルシリカ、フュームドシリカおよびその他の製造法や性状の異なるものが多種存在する。

【0027】酸化セリウムは、酸化数から3価のものと4価のもの、また結晶系から見て、六方晶系、等軸晶系および面心立方晶系のものがある。

【0028】酸化ジルコニウムは、結晶系から見て、単斜晶系、正方晶系および非晶質のものがあり、製造法からフュームドジルコニアと呼ばれるものもある。

【0029】酸化チタンは、結晶系から見て、一酸化チタン、三酸化ニチタン、二酸化チタンおよびその他のものがあり、製造法からフュームドチタニアと呼ばれるものもある。

【0030】窒化ケイ素は、 α -窒化ケイ素、 β -窒化ケイ素、アモルファス窒化ケイ素およびその他の形態的に異なる物がある。

【0031】二酸化マンガンは、形態的に見て、 α -二酸化マンガン、 β -二酸化マンガン、 γ -二酸化マンガン、 δ -二酸化マンガン、 ϵ -二酸化マンガン、 η -二酸化マンガンおよびその他がある。

【0032】上記研磨材は、砥粒としてメカニカルな作用により被研磨面（サブストレート表面）を研磨するものである。このうち二酸化ケイ素の粒径は、BET法により測定した表面積から求められる平均粒子径で0.005~0.5 μ m、好ましくは0.01~0.3 μ mである。また、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン、窒化ケイ素および二酸化マンガンの粒径は、レーザー回折方式粒度測定器LS-230 (Coulter社(米国)製)で測定した平均粒子径で0.01~2 μ m、好ましくは0.05~1.5 μ mである。さらに、酸化セリウムの粒径は、走査電子顕微鏡により観察される平均粒子径で0.01~0.5 μ m、好ましくは0.05~0.45 μ mである。研磨材の平均粒子径は、ここに示した範囲を超えて大きいと、研磨されたサブストレートの表面粗さが大きかったり、スクラッチが発生したりするなどの問題があり、逆に、ここに示した範囲よりも小さいと研磨速度が極端に小さくなってしまい実用的でない。

【0033】研磨用組成物中の研磨材の含有量は、組成物の全重量を基準として0.1~50重量%、好ましくは1~25重量%である。研磨材の含有量が余りに少ないと、サブストレートの表面の微小突起、微細なピットおよびその他の表面欠陥が発生しやすく、研磨速度も小さくなることもあり、逆に余りに多いと研磨用組成物における均一分散性が保てなくなるとともに、研磨用組

成物の粘度が過大して取り扱いが困難となる。

【0034】＜水＞本発明に係る研磨用組成物の成分の1つである水は、工業用水、市水、脱イオン水、イオン交換水、蒸留水、純水および超純水のいずれをも使用することが可能であるが、研磨用組成物の安定性および研磨工程において金属不純物が敬遠されることを考慮すると、不純分を極力排除した脱イオン水、イオン交換水、蒸留水、純水および超純水などを使用することが好ましい。

【0035】＜研磨用組成物＞本発明に係る研磨用組成物は、上記各成分、すなわち酸化アルミニウム、二酸化ケイ素、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン、窒化ケイ素および二酸化マンガンからなる群より選ばれる研磨材を所望の含有量で水に混合し、分散させ、リン酸エステル化合物と、研磨促進剤をさらに溶解させることにより調製する。これらの成分を水中に分散または溶解させる方法は任意であり、例えば翼式攪拌機で攪拌したり、超音波分散により分散させる。

【0036】また、上記研磨用組成物の調整に際しては、製品の品質保持や安定化を図る目的、被加工物の種類、加工条件およびその他の研磨加工上の必要に応じて、各種の公知の添加剤をさらに加えてもよい。

【0037】すなわち、添加剤の好適な例としては下記のもの挙げられる。

(イ) セルロース類。例えばセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロースおよびその他。

(ロ) 水溶性アルコール類。例えばエタノール、プロパノール、エチレングリコールおよびその他。

(ハ) 有機ボリアニオン系物質。例えばリグニンスルホン酸塩、ボリアクリル酸塩およびその他。

(ニ) 水溶性高分子(乳化剤)類。例えばポリビニルアルコールおよびその他。

(ホ) キレート剤。例えばジメチルグリオキシム、ジチゾン、オキシシ、アセチルアセトン、グリシン、EDTA、NTAおよびその他。

(ヘ) 殺菌剤。例えばアルギン酸ナトリウム、炭酸水素カリウムおよびその他。

(ト) カルボン酸系、スルホン酸系などの界面活性剤、グリコール系またはシリコーン系などの消泡剤、脂肪酸エステル系などの分散剤。

【0038】さらに、本発明に係る研磨用組成物に含有される上記研磨材、リン酸エステル化合物または研磨促進剤を、前述した用途以外の目的で、例えば研磨材の沈降防止のために補助添加剤として用いることも可能である。

【0039】本発明に係る研磨用組成物は、比較的高濃度の原液として調製して貯蔵または輸送などをし、実際の研磨加工時に希釈して使用することもできる。前述濃度範囲は、実際の研磨加工時のものとして記載したもの

であり、使用時に希釈する使用方法をとる場合、貯蔵または輸送などの状態においてはより高濃度の溶液となることは言うまでもない。また、取り扱い性の観点から、そのような濃縮された形態で製造されることが好ましい。

【0040】また、本発明に係る研磨用組成物が、サブストレートの表面粗さの小さい研磨面が得られるにも関わらず、アルキルベンゼンスルホン酸塩またはフッ素系界面活性剤を含む従来の研磨用組成物に比べて表面残留物が少なく、表面粗さが小さく、微細なピット、微小突起およびその他の表面欠陥の発生を低減することが可能である理由についての詳細な機構は不明であるが、無電解Ni-Pメッキを成膜したサブストレートを例に挙げると以下のように推察される。

【0041】まず、リン酸エステル化合物は、研磨材粒子を適度に凝集させる作用を有しており、小さな研磨材粒子が比較的弱い凝集力で凝集する。一般に、研磨用組成物の研磨加工能力が低いと微細なピットが発生しやすい傾向があるが、本発明に係る研磨用組成物においては、比較的粒子径の小さい研磨材粒子が比較的弱い力で凝集しているために、研磨加工中に徐々に解離していき、加工面に対するダメージが小さく、表面粗さが小さい加工面が得られる。さらに、凝集した研磨材粒子のメカニカルな作用と、研磨促進剤とのケミカルな作用により、微細なピットなどの表面欠陥（加工歪みが存在する部分）が選択的に加工されることがなく、その欠陥が大きくならないことで均一な加工面を得ることができる。そして、研磨用組成物中の研磨材や研磨により削り出された切り粉は、リン酸エステル化合物によってその表面が覆われるため、サブストレートの表面に付着しにくくなり、微小突起などの表面欠陥の発生が低減されるものと考えられる。

【0042】なお、本発明に係る研磨用組成物により研磨加工をする場合、その前および（または）後に、本発明に係る研磨用組成物から研磨材を除去したリンス用組成物によりリンス処理することが好ましい。これは、研磨加工前にこのようなリンス処理をすることで、研磨用組成物のケミカルな効果を補うことができ、また研磨加工後にこのようなリンス処理をすることで、サブストレートの表面に残った研磨用組成物の各成分や切り粉などを効果的に除去することが可能となる。

【0043】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について、実施例を用いて具体的に説明する。なお、本発明はその要旨を超えない限り、以下に説明する実施の形態に限定されるものではない。

【0044】

【実施例】実施例1～7および比較例1～5

＜研磨用組成物の調製＞研磨材として酸化アルミニウムを攪拌機を用いて水に分散させ、研磨材濃度10重量%のスラリーを調製した。ついで、表1に記載の量の研磨促進剤と、表1に記載のポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸およびポリオキシエチレンアリアルエーテルリン酸からなる群より選択される少なくとも1種類のリン酸エステル化合物とを添加して混合し、実施例1～7および比較例1～5の各研磨用組成物を調製した。なお、比較例1～3は、リン酸エステル化合物が添加混合されていないものとし、比較例4および比較例5は、リン酸エステル化合物に代えて、ポリスチレンスルホン酸塩と、第四級アンモニウム塩とをそれぞれ添加混合されているものとした。

【0045】

【表1】

	研磨促進剤	添加量 重量%	リン酸エステル * 化合物	添加量 重量%
実施例 1	硝酸アルミニウム	1.0	A	0.1
実施例 2	硝酸アルミニウム	1.0	A	0.2
実施例 3	硫酸アルミニウム	0.5	A	0.1
実施例 4	コハク酸	0.2	A	0.1
実施例 5	硝酸アルミニウム	1.0	B	0.1
実施例 6	硝酸アルミニウム	1.0	C	0.1
実施例 7	硝酸アルミニウム	1.0	D	0.1
実施例 8	硝酸アルミニウム	1.0	E	0.1
実施例 9	硝酸アルミニウム	1.0	F	0.1
比較例 1	硝酸アルミニウム	1.0	—	—
比較例 2	硫酸アルミニウム	1.0	—	—
比較例 3	コハク酸	1.0	—	—
比較例 4	硝酸アルミニウム	1.0	ポリスチレンリン酸塩	0.8
比較例 5	硝酸アルミニウム	1.0	第四級アモニウム塩	1.0

*A: ポリオキシエチレンニルフェニルエーテルリン酸(10EO)

B: ポリオキシエチレンニルフェニルエーテルリン酸(9EO)

C: ポリオキシエチレンジニルフェノールエーテルリン酸(15EO)

D: ポリオキシエチレンアルキル(12-15)エーテルリン酸(3EO)

E: ポリオキシエチレンアルキル(12-15)エーテルリン酸(6EO)

F: ポリオキシエチレンアルキル(12-15)エーテルリン酸(9EO)

【0046】＜研磨試験用サブストレーットの作成＞実施例1～7および比較例1～5の各研磨用組成物を用いて研磨試験を行うためのサブストレーットを作成するにあたり、研磨試験は2段階研磨（仕上げ研磨）によるサブス

トレーットにおいて評価を行うため、まず、下記条件で1段階目の研磨を行い、研磨試験用サブストレーットを作成した。

〔研磨条件（1段階目）〕

被加工物 3.5インチ無電解Ni-Pサブストレーット
 加工枚数 10枚
 研磨機 両面研磨機（定盤径640mm）
 研磨パッド Polite x DG（Rodel社（米国）製）
 加工圧力 80g/cm²
 定盤回転数 60rpm
 研磨用組成物 DISKLITE-3471
 （（株）フジミインコーポレーテッド製）
 組成物希釈率 1：2純水
 研磨用組成物供給量 100cc/分
 研磨時間 5分

【0047】＜研磨試験＞次に、実施例1～7および比較例1～5の各研磨用組成物を用いて、1段階目の研磨

済サブストレーットに対して下記条件で2段階目の研磨（仕上げ研磨）を行った。

〔研磨条件（2段階目）〕

被加工物 3.5インチ 無電解Ni-Pサブストレーット
 （1段階目研磨済）
 加工枚数 10枚

研磨機	両面研磨機 (定盤径640mm)
研磨パッド	Politex DG (Rodel社 (米国) 製)
加工圧力	60g/cm ²
定盤回転数	60rpm
研磨用組成物供給量	100cc/分
研磨時間	5分

【0048】研磨後、サブストレートを順次洗浄して乾燥し、微分干渉顕微鏡 (50倍) を用いてサブストレート表面を観察し、微細なビットの有無を測定した。その評価基準は下記の通りであり、得られた結果は表2に示す。

◎：微細なビットは目視確認されない。

○：微細なビットはほとんど目視確認されない。

×：微細なビットはかなり目視確認され、問題となるレベルである。

【0049】また、走査型電子顕微鏡 (20000倍) を用いてサブストレート表面を観察し、砥粒の吸着または突き刺さりと思われる残留物の多少を目視により評価した。その評価基準は以下の通りであり、得られた結果は表2に示す。

◎：残留物がほとんど残っていない。

○：残留物は少し確認されるが、使用上問題のないレベルである。

×：残留物が多く確認され、使用上問題となるレベルである。

【0050】

【表2】

	微細なビット	表面残留物
実施例 1	◎	◎
実施例 2	◎	◎
実施例 3	◎	○
実施例 4	◎	○
実施例 5	◎	◎
実施例 6	◎	◎
実施例 7	◎	◎
実施例 8	◎	◎
実施例 9	◎	◎
比較例 1	×	×
比較例 2	×	×
比較例 3	×	×
比較例 4	◎	×
比較例 5	◎	×

【0051】表2から明らかなように、リン酸エステル化合物が含有されていない比較例1～3は、微細なビットおよび表面残留物がかなり確認され、リン酸エステル化合物以外の界面活性剤が含有された比較例4、5は

微細なビットの発生は防止できたものの、表面残留物はかなり多く確認された。また、比較例4、5の場合は界面活性剤の添加量を多くしなければ微細なビットの発生防止効果が得られなかった。これに対して、リン酸エステル化合物が含有された実施例1～9は、いずれも微細なビットの発生が防止され、表面残留物もほとんど発生しなかった。これにより、実施例1～9の研磨用組成物は、仕上げ研磨においていずれも優れた加工表面を得ることが可能なものであることがわかる。

【0052】

【発明の効果】以上のように本発明に係る研磨用組成物は、メモリーハードディスクに使用される磁気ディスク用基盤の研磨用組成物であって、(a) 水と、(b) ポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸およびポリオキシエチレンアリールエーテルリン酸からなる群より選択される少なくとも1種類のリン酸エステル化合物と、(c) 前記(b)のリン酸エステル化合物以外の無機酸、有機酸およびそれらの塩類からなる群より選択される少なくとも1種類の研磨促進剤と、(d) 酸化アルミニウム、二酸化ケイ素、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン、窒化ケイ素、および二酸化マンガンを含有する群より選択される少なくとも1種類の研磨材とを含んでなるものである。

【0053】これにより、メモリーハードディスクに使用されるサブストレートの仕上げ研磨において、従来の研磨用組成物に比べて表面残留物の発生が少なく、研磨速度が大きく、微細なビット、微小突起およびその他の表面欠陥の発生を防止できるとともに、優れた加工表面を得ることができる研磨用組成物が得られる。

【0054】本発明に係る研磨用組成物は、前記(b)のリン酸エステル化合物の含有量が、組成物の全重量を基準にして0.001～2重量%の範囲内であるので、研磨したサブストレートの表面の残留物の発生を少なくし、微細なビットおよびその他の表面欠陥の発生を抑制することができる。

【0055】本発明に係る研磨用組成物は、前記(c)の研磨促進剤の含有量が、組成物の全重量を基準にして0.01～30重量%の範囲内であるので、研磨速度を大きくすることができるとともに、サブストレートの表面の微細なビット、微小突起およびその他の表面欠陥を抑制することができる。

【0056】また、本発明に係る研磨用組成物は、前記(d)の研磨材の含有量が、組成物の全重量を基準にして0.01～50重量%の範囲内であるので、サブスト

(9) 開2001-89749 (P2001-89749A)

レートの表面の微小突起、微細なピットおよびその他の表面欠陥の発生と、研磨速度が小さくなるのを抑えることができるとともに、組成物中における研磨材の均一分

散性を保ち、組成物の粘度性の過大を抑えることができる。

フロントページの続き

(72)発明者 横道 典孝

愛知県西春日井郡西枇杷島町地領2丁目1
番地の1 株式会社フジミインコーポレー
テッド内

(72)発明者 杉山 博保

愛知県西春日井郡西枇杷島町地領2丁目1
番地の1 株式会社フジミインコーポレー
テッド内

Fターム(参考) 5D112 AA02 AA24 GA09 GA14